

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-296152

(43)Date of publication of application : 09.10.2002

(51)Int.Cl.

G01N 1/10
G01N 23/223
G01N 33/28

(21)Application number : 2001-098778

(71)Applicant : RIGAKU INDUSTRIAL CO

(22)Date of filing : 30.03.2001

(72)Inventor : AYUKAWA YASUHIRO
ONO MEGUMI**(54) METHOD FOR PREPARATION OF OIL SPECIMEN FOR X-RAY FLUORESCENT ANALYSIS****(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method of producing an oil specimen for carrying out the x-ray fluorescent analysis with quantitatively under limit of about 0.1 ppm, in which sulfur constituent included in the oil specimen is extracted.

SOLUTION: An aqueous solution, in which an extracting material dissolves, is added to the oil specimen, and then an extracted solution is made by extracting the sulfur constituent included in the oil specimen. Then, the extracted solution is separated from oil constituent in the oil specimen, dripped onto a filter paper and dried.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 19.10.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3567179

[Date of registration] 25.06.2004

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

Ayukawa

NOV 9,
2001

理学電機工業株式会社

あゆかわ やすひろ
○鮎川 保弘

1. 背景および目的

石油製品（アルコール、ナフサ）や燃料電池の開発部門において、数 10ppb レベルの硫黄分析が必要とされている。この極微量の硫黄濃度を把握するために、紫外蛍光法や微量電量滴定法などを用いた分析が行われている。

しかし、これらの手法では、50ppb レベルの分析においてばらつきが生じ、将来に向けたより厳しい管理に対応していくためには、一層の安定した分析値が得られる手法が求められている。

そこで今回、蛍光X線を用いて数 10ppb レベルの硫黄分析が可能な分析手法を開発する。

2. 結論

蛍光X線分析装置を用いて、試料中に含まれる硫黄化合物を抽出／濃縮し、分析することにより、数 10ppb レベルの硫黄分析を繰返し精度良く分析する手法が開発できた。

3. 実験

3-1. 実験内容

硫黄化合物として H_2S 、 $R-SH$ 、 $R-S-R$ 、 $R-SS-R$ 、チオフェン類を含むアルコールおよびナフサに、液体触媒を添加する。その混合溶液にX線を照射する。硫黄化合物はX線によって分解され、液体触媒と反応し、安定した硫黄化合物を生成させることができる。この生成物を捕集し蛍光X線分析を行なう。

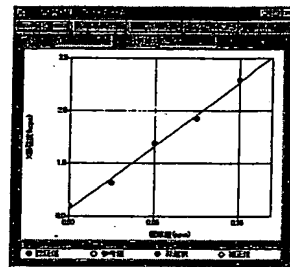
3-2. 実験条件

装置：ZSX101s（理学製 下面照射タイプ）

X線管：Cr（40kV-70mA）

3-2. 実験結果

アルコールおよびナフサ中に含まれる硫黄を分析した 100ppb までの検量線を上図に示す。この分析精度は、50ppb レベルにおいて室間併行再現性（10 個の容器詰替え繰返し精度）で $CV\%=9.7\%$ である。極微量の硫黄分析ではあるが、安定した分析結果を得ることができた。



0102

（福岡大高機能研^a、ローレンス・バークレー国立研 ALS^b、九大院理^c、福岡大理^d）
○松尾修司^a・Ponnusamy Nachimuthu^b・Rupert C.C. Perera^b・横山拓史^c・脇田久伸^d

【緒言】軟X線は価電子帯に關与する電子エネルギーに近いエネルギー値を持つため、物質との相互作用が大きく、化学種のスペシエーションに適している。従って、軟X線による軽元素のX線吸収スペクトルには、軽元素化学種の電子状態の微細な情報が含まれており、軽元素にかかわる環境土壌汚染のスペシエーションに重要な情報を与えると期待される。しかし、溶液中の軽元素化学種のX線吸収スペクトル測定は入射光強度や測定セルシステムの問題で困難であった。本研究において、我々はローレンス・バークレー国立研究所放射光施設 ALS を用い、新たに溶液用軟X線吸収測定セルシステムを開発し、溶液中の軽元素化学種のX線吸収スペクトル測定を試みた。今回はおもに各種 Al(III) 塩水溶液のX線吸収端近傍構造(XANES)を測定した。得られたスペクトルはそれぞれの固体状態のXANESスペクトルと比較し、また、水溶液のスペクトル間で相互に比較し、Al原子周りの構造を議論した。

【実験】XAFS測定セルの開発、および測定はALS BL6.3.1で行った。Al K吸収端（1559 eV）の測定は回折格子分光器を使って行った。溶液試料は、試料をSiN膜が窓となったフレームで挟み、大気圧、Heガス雰囲気下で、Siフォトダイオードを検出器とした透過法によって測定した。固体試料は全電子収量法で測定した。測定試料は水に易溶である物質を中心に、 $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 、 $AlCl_3$ 、 $NaAlO_2$ 、さらにAl(III)錯体としてAl-EDTAを用いた。濃度については、Al-EDTAが0.25 Mで、他は飽和に近い濃度である。

【結果と考察】 $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ と $AlCl_3$ の水溶液のXANESスペクトルのピーク位置は、それぞれの固体のXANESスペクトルのそれとほぼ同じ位値に現れ、 $NaAlO_2$ とAl-EDTAでは異なった位値に現れた。これらのことは、前者は水溶液中でのAl(III)近傍構造が固体とあまり変わらず、後者では異なることを示唆している。これら4つのAl塩水溶液のXANESスペクトルをFig. 1に示した。 $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 水溶液でAl(III)イオンは水分子による6配位構造を形成していることは知られている。従って、ピーク位置がほぼ同じである $AlCl_3$ の水溶液の構造も6配位構造と推察されるが、 $NaAlO_2$ とAl-EDTAの水溶液の構造はそれとは異なった配位構造であると推察できる。この配位構造の変化とXANESスペクトルのピーク変化との関係は、DV-X α 分子軌道計算によって解析された。

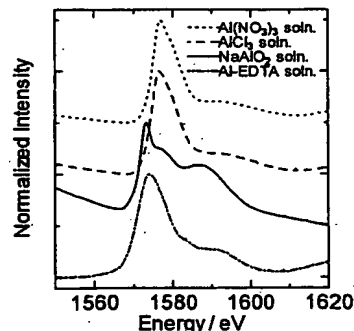


Fig. 1 Comparison of Al K-edge XANES spectra of the aqueous Al(III) salt solutions.